19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

Ffenlegungsschrif

@ DE 3435181 A1

6 Int. Cl. 4: A 61 C 13/00

11904522

C 04 B 41/85 A 61 K 6/02



PATENTAMT

② Aktenzeichen:

P 34 35 181.7

Anmeldetag:

25. 9.84

(43) Offenlegungstag:

1. 8.85

(3) Unionspriorität: (2) (3) (3) 26.01.84 JP 11035/84

(7) Anmelder: G-C Dental Industrial Corp., Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter: Daufel, P., Dipl.-Chem.Dipl.-Wirtsch.-lng.Dr.rer.nat; Schön, A., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Hertel, W., Dipl.-Phys.; Lewald, D., Dipl.-Ing.; Otto, D., Dipl.-Ing.

Dr.-Ing., Pat.-Anw., 8000 München

@ Erfinder:

Ohno, Koji, Tokio/Tokyo, JP; Ohi, Nobukazu, Fuchu, Tokio/Tokyo, JP; Hayashi, Syohei, Tokio/Tokyo, JP

Verfahren zur Verfestigung von Porzelian-Zähnen

Ein Verfahren zur Verfestigung von Porzellan-Zähnen, das darin besteht, eines oder mehrere anorganische Salze der Metalle Rubidium, Cāsium und/oder Kalium auf der Oberfläche eines Porzellan-Zahns abzuscheiden, der durch Sintern eines Dentalporzellanmaterials mit Feldspat als Hauptrohmaterial und Natrium erhalten ist, und den Porzeilan-Zahn bei Temperaturen von 380°C oder höher, jedoch unter dem Schmelzpunkt des anorganischen Salzes und der Verformungstemperatur des Porzeilan-Zahns, wärmezubehandeln. Gemäß dem Verfahren der Erfindung kann der Porzellan-Zahn gut verfestigt werden, während die durchscheinenden Eigenschaften und der Farbton wie bei dem natürlichen Zahn beibehalten bleiben, ohne daß irgendelne besondere Vorrichtung angewandt wird.

Dr. Müller-Boré and Portner · POB 26 02 47 · D-8000 München 25

Deutsche Patentanwälte

Dr. W. Müller-Boré †

Dr. Paul Deufel
Dipl.-Chem., Dipl.-Wirtsch.-Ing.

Dr. Alfred Schön Dipl.-Chem.

Werner Hertel
Dipl.-Phys.

Dietrich Lewald
Dipl.-Ing.

Dr.-Ing. Dieter Otto Dipl.-Ing.

Brit. Chartered Patent Agent B. David P. Wetters M. A. (Oxon) Ch. Chem. M. R. S. C

D/tl - G 3377

2 5, Sept. 1224

G-C DENTAL INDUSTRIAL CORP.
Tokio, Japan

Verfahren zur Verfestigung von Porzellan-Zähnen

Patentansprüche

1. Verfahren zur Verfestigung von Porzellan-Zähnen, dadurch gekennzeichnet, daß man eines oder mehrere anorganische Salze der Metalle Rubidium, Cäsium und/oder Kalium auf der Oberfläche eines Porzellan-Zahns abscheidet, der durch Sintern eines Dentalporzellanmaterials erhalten ist, das Feldspat als hauptsächliches Rohmaterial und Natrium enthält, und den Porzellan-Zahn bei Temperaturen von 380 °C oder höher, jedoch

- unter dem Schmelzpunkt dieses anorganischen Salzes und der Verformungstemperatur dieses Porzellan-Zahnes erhitzt.
- 5 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Porzellan-Zahn einen thermischen Expansionskoeffizienten von 15 x 10⁻⁶/°C oder weniger aufweist.
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Porzellan-Zahn, auf dem das anorganische
 Metallsalz abgeschieden wurde, 5 bis 60 Minuten läng
 behandelt wird.
- 4. Verfestigte Porzellan-Zähne, dadurch gekennzeichnet,
 daß sie herstellbar sind, indem man eines oder mehrere
 anorganische Salze der Metalle Rubidium, Cäsium und/oder
 Kalium auf der Oberfläche eines Porzellan-Zahns abscheidet, der durch Sintern eines Dentalporzellanmaterials erhalten ist, das Feldspat als hauptsächliches
 Rohmaterial und Natrium enthält, und den PorzellanZahn bei Temperaturen von 380°C oder höher, jedoch
 unter dem Schmelzpunkt dieses anorganischen Salzes
 und der Verformungstemperatur dieses Porzellan-Zahnes
 erhitzt.

25

(

30

I Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verfestigung von Porzellan-Zähnen, wie sie als Zahnersatz angewandt werden.

In der Zahntechnik werden verschiedene Dentalmaterialien für Zahnersatz und konservierende Zwecke zur Wiederherstellung von Schäden nach der medizinischen Behandlung eines Naturzahnes auf Karies und dergleichen angewandt. Darunter Werden auch Porzellan-Zähne benutzt, die durch Sintern eines hochschmelzenden Dentalporzellanmaterials erhalten sind, das als Hauptrohmaterial aus Feldspat bei 1200 °C bis 1300 °C erhalten ist (im folgenden einfach "Dentalporzellanmaterial" genannt). Ein solcher Zahn ist nicht nur chemisch stabil, sondern hat auch durchscheinende Eigenschaften und einen Farbton, der gut zu natürlichen Zähnen paßt und wurde daher bisher in weitem Umfang benutzt.

Wenn jedoch ein solcher Porzellan-Zahn im Mund eingesetzt 20 und befestigt ist und äußeren Kräften ausgesetzt wird, beispielsweise beim Kauen, bricht er oft. Um dieses Problem zu lösen, wurden verschiedene Versuche unternommen, die Festigkeit des Porzellan-Zahnes zu erhöhen, jedoch wurden keine zufriedenstellende Ergebnisse erzielt. Ein 25 Versuch zum Beispiel zur Erzielung eines Porzellan-Zahnes besteht darin, Kristalle von hochreinem Aluminiumoxid zum Dentalporzellanmaterial zuzusetzen und dann zu brennen, was jedoch die folgenden Probleme ergibt: Um dem Porzellan-Zahn die gleiche Farbtönung zu verleihen wie einem 30 natürlichen Zahn, muß der Porzellan-Zahn hergestellt werden, indem verschiedene Porzellanmaterialien mit unterschiedlichen Färbungen in einer mehrschichtigen Form gebrannt werden. In diesem Falle gehen, wenn das kristalline Aluminiumoxid in der äußeren Schicht vorliegt, die 35 Merkmale des Durchscheinens und die Farbtönung wie bei einem Naturzahn verloren. Es ist aber trotzdem erwünscht, gerade die äußere Schicht zu verstärken, da sie direkt einer

(

äußeren Kraft ausgesetzt ist, jedoch können die Aluminiumoxidkristalle in keiner anderen Schicht als der Innenschicht vorhanden sein. Ein solcher Porzellan-Zahn, in
welchem Aluminiumoxidkristalle nur in der inneren Schicht
vorhanden sind, ist in der Festigkeit etwas verbessert,
was jedoch noch nicht zufriedenstellend ist. Unter Berücksichtigung dieser Schwierigkeiten wurde versucht, ein
Verfahren zur gründlichen Verfestigung des Porzellan-Zahnes
zu entwickeln, wobei das Durchscheinungsvermögen und der
Farbton wie bei einem natürlichen Zahn beibehalten bleiben,
wie dies auf dem Gebiet des Zahnersatzes und der Zahnkonservierung gefordert wird.

Es wurde nun gefunden, daß dann, wenn man nach dem Brennen eines Porzellan-Zahnes darauf ein besonderes anorganisches Metallsalz abscheidet und dann bei einer besonderen Temperatur erhitzt, der Porzellan-Zahn gründlich im nicht geschmolzenen Zustand des anorganischen Salzes verfestigt werden kann.

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren zur Verfestigung von Porzellan-Zähnen das es gestattet, leicht einen Porzellan-Zahn nach dem Brennen zu verfestigen, während das Durchscheinungsvermögen und der Farbton wie bei einem Naturzahn aufrechterhalten bleibt, ohne besondere Vorrichtungen benutzen zu müssen.

Die Erfindung betrifft demnach ein Verfahren zur Verfestigung von Porzellan-Zähnen, das darin besteht,
eines oder mehrere anorganische Salze der Metalle
Rubidium, Cäsium und/oder Kalium auf der Oberfläche eines
Porzellan-Zahnes abzuscheiden, der durch Brennen eines
Dentalporzellanmaterials erhalten ist, das Feldspat als
Hauptrohmaterial und Natrium enthält, und den PorzellanZahn bei Temperaturen von 380 °C oder höher, jedoch unter
dem Schmelzpunkt des anorganischen Salzes und der Verformungstemperatur des Porzellan-Zahnes, wärmezubehandeln.

l . Ein Porzellan-Zahn, auf den das Verfahren der Erfindung angewandt werden kann, ist ein allgemein und in weitem Umfang benutzter Porzellan-Zahn, der durch Sintern eines Dentalporzellanmaterials erhältlich ist, das Feldspat als Hauptrohmaterial und Natrium enthält und bei 1200 °C bis 5 1300 °C gebrannt wird. Ein allgemeines Verfahren für die Herstellung des Porzellan-Zahnes wird später erläutert. Das Dentalporzellanmaterial umfaßt als Rohmaterial Feldspat-Quarz oder Feldspat-Quarz-Kaolin und wird erzeugt durch Sintern des Rohmaterials bei etwa 1300 °C und dann 10 Abkühlen zur Verfestigung und nachfolgendem Mahlen. Als Feldspat, der als Hauptkomponente benutzt wird, wird vorzugsweise Kalifeldspat benutzt, da dies dem erhaltenen Porzellan-Zahn den gewünschten Glanz verleiht. Kalifeldspat kann durch die chemische Formel K₂O.Al₂O₃.6SiO₂ dargestellt 15 werden und stellt hauptsächlich den glasigen Teil des Porzellan-Zahnes dar. Der Quarz besteht hauptsächlich aus Siliziumdioxid und hat den hohen Schmelzpunkt von 1800 °C und wird deshalb zur Verbesserung der Festigkeit benutzt. Das Kaolin ist ein Mineral, das als Hauptkomponenten Alu-20 miniumoxid und Siliziumdioxid aufweist, und wird zur Erhöhung der Dimensionsstabilität während des Brennens benutzt. Um die Brenntemperatur herabzusetzen, wird Na20 zugesetzt. Im allgemeinen ist Na₂O als Verunreinigung im Feldspat vorhanden und daher kann Dentalporzellanmaterial, 25 selbst wenn kein Na O zugesetzt wurde, dieses enthalten. Das so gebildete Dentalporzellanmaterial wird in eine Form gefüllt und zu verschiedenen Formen geformt, um einen Naturzahn nachzubilden. Danach wird das geformte Porzellanmaterial aus der Form genommen und bei der oben beschrie-30 benen Temperatur gebrannt. Nach dem Brennen ergibt sich ein Porzellan-Zahn mit einer Struktur, worin Kristalle von d-Quarz in seinem glasigen Teil vorliegen. Ein Porzellan-Zahn wird sich beim Erhitzen oder Abkühlen im allgemeinen ausdehnen bzw. schrumpfen. Wenn er einer raschen 35 Erhitzung unterworfen oder abgeschreckt wird, ergibt dies im allgemeinen eine Differenz im Ausmaß der Expansion oder der Schrumpfung aufgrund der Temperaturdifferenz

C

10

15

20

25

30

35

zwischen dem Oberflächenteil und dem inneren Teil des Zahnes. Auf diese Weise wird eine Spannung erzeugt, was zum Auftreten feiner Risse oder selbst zum Bruch führen kann. Demgemäß soll der Porzellan-Zahn vorzugsweise einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von 15 x 10⁻⁶/°C oder weniger haben.

Der so durch Sinterung des Dentalporzellanmaterials erhaltene Porzellan-Zahn mit Feldspat als Rohmaterial sowie Natrium wird gemäß dem Verfahren der Erfindung in folgender Weise verfestigt. (Das Verfahren der Erfindung wird im folgenden als "Verfestigungsbehandlung" bezeichnet.) der Metalle Eines oder mehrere anorganische Salze Rubidium, Cäsium und Kalium (das anorganische Salz kann im folgenden als "verfestigendes anorganisches Metallsalz" bezeichnet werden), wird auf der Oberfläche des Porzellan-Zahnes abgeschieden und der erhaltene Porzellan-Zahn wird bei Temperaturen von 380 °C oder höher, jedoch unter dem Schmelzpunkt des anorganischen Salzes und der Verformungstemperatur des Porzellan-Zahnes (einer Temperatur, bei welcher die Viskosität 10 14,5 Poise beträgt), hitzebehandelt. Durch diese Hitzebehandlung erfolgt ein Ionenaustausch zwischen dem Natriumion im Porzellan-Zahn und dem Rubidium-, Cäsium- oder Kaliumion in dem verfestigenden anorganischen Metallsalz, das darauf abgeschieden ist. Die Größe des Natriumions beträgt 1,9 Å, während die Größe des Kaliumions, Rubidiumions und Cäsiumions 2,66 A, 2,96 A bzw. 3,38 A beträgt, die letzteren Werte also größer sind als die Größe des Natriumions. Somit wird eine Spannung auf der Oberfläche des Porzellan-Zahnes durch das Auftreten von Ionenaustausch erzeugt und die so erzeugte Spannung bleibt als Druckspannung erhalten, selbst nach dem Abkühlen des Porzellan-Zahnes, wodurch der Porzellan-Zahn verfestigt wird. Obwohl auch etwas Lithiumion dem Ionenaustausch mit dem Natriumion unterliegt, kann dieses, da seine Größe 1,2 A betragt, und es somit kleiner ist als das Natriumion, keine Druckspannungen erzeugen. Demgemäß ist Lithium in der Erfindung nicht anwendbar.

- Nach dem Verfahren der Erfindung wird die Wärmebehandlung 1 bei der Abscheidung eines verfestigenden anorganischen Metallsalzes, das ein Ion enthält, das eine solche Härtungswirkung auf die Oberfläche eines Porzellan-Zahnes hat, bei einer Temperatur von 380 °C oder höher durchgeführt, wo-5 durch ein gründlicher Ionenaustausch durch die Wärmebehandlung bei einer Temperatur erzielt werden kann, die tiefer ist als der Schmelzpunkt des verfestigenden anorganischen Metallsalzes, das heißt, im nicht geschmolzenen Zustand desselben. Beim Verfahren der Erfindung ist eine organi-10 sche Verbindung nicht als Verbindung mit einem Ion mit Verfestigungseffekt anwendbar, da es sich bei Temperaturen von 380 °C oder höher wahrscheinlich zersetzt.
- Demgemäß ist das verfestigende anorganische Metallsalz, 15 das im Verfahren der Erfindung verwendet werden kann, ein anorganisches Salz von Rubidium, Cäsium oder Kalium mit einem Schmelzpunkt von 380 °C oder höher. Zu besonderen Beispielen gehören Rubidiumcarbonat (F. = 837 °C), Rubidiumchlorid (F. = 717 °C), Cäsiumchlorid (F. = 645 °C), 20 Kaliumcarbonat (F. = 891 °C) und Kaliumchlorid (F. = 776 °C). Weiterhin können auch Rubidiumsulfat (F. = 1060 °C), Casiumsulfat (F. = 1010 °C), Kaliumsulfat (F. = 1069 °C), Kalium-tert.-phosphat (F. = 1340 °C) und Kaliumpyrophosphat (F. = 1100 °C) zum Beispiel verwendet werden. Das verfesti-25 gende anorganische Metallsalz, das im Verfahren der Erfindung verwendet werden kann, ist jedoch nicht auf diese beispielsweise aufgeführten anorganischen Salze beschränkt. Das verfestigende anorganische Metallsalz kann entweder allein oder in Mischung von zwei oder mehr davon verwen-30 det werden.

Bei der Abscheidung des verfestigenden anorganischen Metallsalzes auf dem Porzellan-Zahn wird das verfestigende anorganische Metallsalz in einer Abscheidungsflüssigkeit,
wie Wasser oder einem öl, gelöst oder dispergiert, wozu
eine kleine Menge eines organischen Binders gewünschtenfalls als Hilfsmittel für die Begünstigung der Abscheidung

zugesetzt wird, um eine Lösung oder Aufschlämmung herzustellen (zum Beispiel 90 g Kalium-tert.-phosphat werden in 100 ml Wasser gelöst und weiter wird 1 g Gummi arabicum dazugefügt), die Lösung oder Aufschlämmung wird auf den Porzellan-Zahn aufgesprüht oder aufgestrichen und zwar in einer Trockendicke von 2 bis 5 mm, und der erhaltene Porzellan-Zahn wird zum Trocknen vorerwärmt, so daß die abgeschiedene Flüssigkeit kein rasches Kochen usw. während der Wärmebehandlung zur Verfestigung hervorruft. Im Verfahren der Erfindung stellt die Verwendung einer solchen Abscheidungsflüssigkeit und einer kleinen Menge an organischem Binder keinen Nachteil dar.

Der Porzellan-Zahn, auf den das verfestigende anorganische Metallsalz abgeschieden wurde, wird bei Temperaturen von 15 380 °C oder höher hitzebehandelt. Bezüglich der Hitzebehandlung wird die Wirkung mit steigender Temperatur grösser, wenn die Temperatur tiefer liegt als der Schmelzpunkt des verfestigenden anorganischen Metallsalzes. Wenn andererseits die Temperatur höher ist als die Verformungstempe-20 ratur bzw. die Formänderungs- oder Dehnungstemperatur, auch Strain-Temperatur genannt, des aus dem Dentalporzellanmaterial gebrannten Porzellan-Zahnes, werden, obwohl der Ionenaustausch bei der Wärmebehandlung erfolgt, keine Druckspannungen auf der Oberfläche des Porzellan-Zahnes 25 erzeugt oder, selbst wenn sie erzeugt werden, sind sie, da die verbleibenden Druckspannungen wieder ausgeglichen werden, so schwach, daß keine gute Verfestigung erzielt werden kann. Somit ist die Wärmebehandlungstemperatur 380 °C oder höher, jedoch geringer als der Schmelzpunkt 30 der verfestigenden anorganischen Metallsalze und die Verformungstemperatur des Porzellan-Zahnes. Die Zeit der Wärmebehandlung reicht im allgemeinen aus, wenn sie im Bereich von 5 Minuten bis 60 Minuten liegt, jedoch ist auch eine längere Zeit als 60 Minuten annehmbar. Es ist 35 keine besondere Vorrichtung erforderlich, die als Vorrichtung für die Wärmebehandlung eingesetzt werden müßte, sondern ein elektrischer Ofen, wie er üblicherweise vom

I Zahntechniker benutzt wird, reicht aus.

5

Der so wärmebehandelte Porzellan-Zahn wird durch Abkühlen fertiggestellt und kann gewünschtenfalls mit Wasser oder anderen Mitteln gewaschen werden. Auf diese Weise erhält man einen verfestigten Porzellan-Zahn gemäß dem Verfahren der Erfindung.

Das Verfahren der Erfindung ermöglicht es, einen Porzellan-Zahn gründlich zu verfestigen, indem man auf den Por-10 zellan-Zahn ein verfestigendes anorganisches Metallsalz abscheidet, das Rubidium, Cäsium oder Kalium enthält, und einen Schmelzpunkt von 380 °C oder höher hat, und indem man den Porzellan-Zahn bei Temperaturen von 380 °C oder höher erhitzt, aber bei einer Temperatur die tiefer liegt 15 als der Schmelzpunkt des verfestigenden anorganischen Metallsalzes oder der Salze, um hierdurch einen Ionenaustausch des verfestigenden anorganischen Metallsalzes mit dem Natriumion des Porzellan-Zahnes zu bewirken, wobei das Metallsalz im nicht geschmolzenen Zustand abgeschie-20 den wird. Auf diese Weise wird beim verfestigten Porzellan-Zahn auch das Auftreten von Abtropferscheinungen oder einer Bewegung des verfestigenden anorganischen Metallsalzes beim Schmelzen und Verflüssigen vermieden, und selbst eine kleine Menge des verfestigenden anorganischen 25 Metallsalzes trägt bei wirksamer Verwendung zum Ionenaustausch bei, wodurch das verfestigende anorganische Metallsalz mit guter Effizienz eingesetzt werden kann. Das Verfahren der Erfindung kann durch eine einfache Wärmebehandlung bewirkt werden, nachdem die Abscheidung durch Sprühen 30 oder Beschichten erfolgt ist, ohne daß man eine besondere Vorrichtung benötigt, wodurch der Porzellan-Zahn verfestigt wird, und gleichzeitig die durchscheinenden Eigenschaften und der Farbton wie bei einem Naturzahn aufrechterhalten bleiben. 35

Die folgenden Beispiele und Vergleichsbeispiele erläutern die Erfindung.

Das in den Beispielen verwendete Dentalporzellanmaterial hatte einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von 8 x 10^{-6} /°C und eine Verformungstemperatur von 1000 °C und hatte die folgende chemische Zusammensetzung:

 $5i0_2$ 72 Gewichtsprozent Al_2O_3 17 " K_2O 7 "

Na₂O 3

10 andere 1 "

5

15

20

Das Dentalporzellanmaterial wurde mit Wasser unter Bildung einer Aufschlämmung gemischt. Die Aufschlämmung wurde dann zur Formung in eine Form gefüllt und bei etwa 1270 °C gebrannt, worauf die Korrektur der Gestalt erfolgte. Das erhaltene Material wurde weiter bei 1290 °C zur Erzielung eines säulenförmigen gebrannten Materials mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Dicke von 4 mm gebrannt, das durchscheinend war und einen Farbton hatte wie Naturzähne. Das so erhaltene gebrannte Material wurde für die Beispiele und Vergleichsbeispiele verwendet.

Beispiele 1 bis 8

Auf das gebrannte Material wurde ein Suspensiongemisch von jedem der verschiedenen verfestigenden anorganischen Metallsalze, wie sie in der Tabelle I gezeigt sind, und einem pflanzlichen öl aufgeschichtet und dann wurde vorerhitzt, um das Pflanzenöl zu verflüchtigen, wodurch das verfestigende anorganische Metallsalz in einer Dicke von etwa 5 mm auf dem gebrannten Material abgeschieden wurde. Danach wurde die Hitzebehandlung unter den Bedingungen, wie in Tabelle I angegeben, durchgeführt und das überschüssige verfestigende anorganische Material wurde durch Waschen mit Wasser entfernt. Man erhielt so ein verfestigtes gebranntes Produkt gemäß dem Verfahren der Erfindung.

3

An dem so erhaltenen verfestigten gebrannten Produkt wurde die Druckprüfung in der Weise wie nachstehend erläutert durchgeführt, um den Wert der diametralen Zugfestigkeit zu messen. Das säulenförmigen verfestigte gebrannte Produkt wurde in einen Druckprüfer eingesetzt und mit einer Geschwindigkeit von 1 mm/min in diametraler Richtung komprimiert, bis Bruch eintrat. Die beim Brechen angewandte Last wurde gemessen und die diametrale Zugfestigkeit (bzw. Druckfestigkeit) wurde nach folgender Gleichung berechnet:

10

15

20

35

diametrale Zugfestigkeit = $2P/(\pi \cdot d \cdot 1)$

worin P die beim Bruch angelegte Last ist, d der Durchmesser des gebrannten Produktes, l die Dicke des gebrannten Produktes, und \widetilde{N} die Kreiskonstante bedeutet.

Die oben beschriebene Methode für die Messung der diametralen Zugfestigkeit ist eine Methode, die in weitem Umfang als Verfahren zur Messung der Festigkeit von spröden Materialien benutzt wird, wie Glas, Keramik, Beton und dergleichen, die eine hohe Festigkeit gegen Druck, jedoch eine geringe Festigkeit gegen Zugkräfte haben.

Die erhaltenen Ergebnisse sind in der Tabelle I gezeigt.

Die durchscheinenden Eigenschaften und der Farbton des gebrannten Produktes (vor der Verfestigungsbehandlung), die die eines Naturzahnes waren, wurden nach der Verfestigungsbehandlung beibehalten, wie sie vorher waren.

30 Vergleichsbeispiele 1 bis 3

Das gleiche Prüfverfahren wie in Beispiel 1 bis 8 wurde angewandt mit der Ausnahme, daß das gebrannte Material ohne der Verfestigungsbehandlung unterzogen zu sein, so wie es war (Vergleichsbeispiel 1), benutzt wurde oder gebrannte Produkte, die durch Wärmebehandlung unter Verwendung des gleichen verfestigenden anorganischen Metallsalzes, Kalium-tert.-phosphat, wie in Beispiel 4, 6, 7

und 8 unter den in Tabelle I gezeigten Bedingungen unterworfen wurden, die außerhalb des Bereiches der Erfindung liegen (Vergleichsbeispiele 2 und 3). Auch hier wurde die diametrale Zugfestigkeit gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind ebenfalls in der Tabelle I gezeigt.

Tabelle I

10	Beispoder Bsp.	Vergl.	verfestigendes anorga- nisches Metallsalz	Wärmebehand- lung Tempe- Zeit ratur		Zugfestig-
				(°C)	(min)	(kg/cm²)
	Bsp.	1	Rubidiumcarbonat	700	5	780
	n	2	Rubidiumsulfat	700	5	700
15	***	3	Cäsiumsulfat	700	5	600
	τι	4	Kalium-tertphosphat	7.00	5	680
	11	5	Rubidiumsulfat (50 Gew%) + Cäsiumsul-fat (50 Gew%)	500	5	600
20	11	6	Kalium-tertphosphat	400	10	630
	11	7	Kalium-tertphosphat	5 0.0°	10	660
	İı	8	Kalium-tertphosphat	700	30	730
-	Vergl Bsp.	1 2	- Kalium-tertphosphat	 300	 10	450 530
25	£1	3	Kalium-tertphosphat	1100	5	550

Aus der Tabelle I ist ersichtlich, daß die diametral Zugfestigkeit der gebrannten Produkte, die nach dem Verfahren
der Erfindung verfestigt waren, hochgradig auf 600 bis 780
kg/cm² verbessert war im Vergleich mit dem Wert 450 kg/cm²
des gebrannten Materials vor der Behandlung. Eine solche
Wirkung kann nicht nur durch die Verwendung eines einzigen
verfestigenden anorganischen Metallsalzes erzielt werden,
sondern auch durch die kombinierte Verwendung von zwei oder
mehr davon, wie in Beispiel 5. Was weiterhin die Behandlungszeit betrifft, so ist die Wirkung in Beispiel 8
(Behandlungszeit 30 Minuten) größer als im Beispiel 4

30

35

1 (Behandlungszeit 5 Minuten), und wenn man die Beispiele 6, 7 und 4 vergleicht und die obige Tatsache berücksichtigt, ist verständlich, daß die Wirkung mit steigender Temperatur größer wird, wenn sie in dem in der Erfindung definierten Bereich liegt. Wie überdies aus dem Vergleich zwischen 5 Beispiel 4 und 6 bis 8 und dem Vergleichsbeispiel 1 und Vergleichsbeispielen 2 und 3 hervorgeht, wird in dem Fall, wo die Wärmebehandlungstemperatur höher als 1000 °C liegt, was die Verformungstemperatur des Porzellan-Zahnes ist (das heißt, des Dentalporzellanmaterials) oder tiefer als 10 380 °C, keine deutliche Verfestigung oder Verbesserung der Festigkeit des erhaltenen Porzellan-Zahnes erzielt werden im Vergleich mit der des Porzellan-Zahnes der nicht der Verfestigungsbehandlung unterworfen wurde. Somit ist verständlich, daß zur gründlichen Verfestigung 15 des Porzellan-Zahnes die Wärmebehandlungstemperatur 380 °C oder höher sein muß, jedoch geringer als die Verformungstemperatur des Porzellan-Zahnes. Bei der Durchführung der Beispiele wurde ein elektrischer Ofen für zahntechnische Zwecke verwendet, ohne daß die Verwendung einer 20 besonderen Vorrichtung erforderlich gewesen wäre.

Das Verfahren der Erfindung bewirkt die deutliche und in leichter Weise durchführbare Verfestigung eines Porzellan-Zahnes, während sowohl die durchscheinenden Eigenschaften als auch der Farbton wie bei einem natürlichen Zahn aufrechterhalten bleiben, indem ein verfestigendes anorganisches Metallsalz, das einen Schmelzpunkt von 380 °C oder höher hat und auf dem Porzellan-Zahn abgeschieden ist, dem Ionenaustausch mit dem Zahn im nicht geschmolzenen Zustand unterzogen wird, ohne daß eine besondere Vorrichtung verwendet würde. Demgemäß kann die Erfindung bei der Dentalbehandlung sehr nützlich sein.

30

25